

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
29. April 2004 (29.04.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/035721 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C11D 3/50

[US/DE]; Springerstrasse 4, 04105 Leipzig (DE). HUP-
PERT, Hans-Jürgen [DE/DE]; Brambacher Strasse 7,
04207 Leipzig (DE). GIRKE, Katharina [DE/DE];
Geschwister-Scholl-Strasse 23, 04205 Leipzig (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/011109

(22) Internationales Anmeldedatum:

8. Oktober 2003 (08.10.2003)

(74) Anwälte: GROSSE, Wolfgang usw.; Grosse, Bockhorni,
Schumacher, Zimmerstrasse 3, 04109 Leipzig (DE).

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): CN, JP, US.

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): eurasisches Patent (AM,
AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent
(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

(30) Angaben zur Priorität:

102 47 583.0 11. Oktober 2002 (11.10.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): BELL FLAVORS & FRAGRANCES DUFT UND
AROMA GMBH [DE/DE]; Schimmel-Strasse 1, 04205
Militz (DE).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HEINZ, Raymond

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF A SOLID FRAGRANCE CONCENTRATE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES FESTEN RIECHSTOFFKONZENTRATES

(57) Abstract: The invention relates to a method for the production of a solid fragrance concentrate. by absorption of a liquid fragrance or fragrance mixture in a solid or solid mixture. using one or several surfactants and/or co-surfactants. solid at normal temperatures as solid or solid mixture. whereby the liquid fragrance or fragrance mixture is dissolved in the above at a temperature above the solidification temperature of the solid or solid mixture and the solution subsequently solidified by cooling. The solid or solid mixture comprises fatty alcohol(s) or a mixture of fatty alcohol(s) and fatty acid(s) and/or fatty alcohol ethoxylate and/or polyethylene glycol.

(57) Zusammenfassung: Bei einem Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates durch Aufnahme eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Feststoff oder Feststoffgemisch. welches ein oder mehrere bei Normaltemperatur feste Tenside und/oder Kotenside als Feststoff oder Feststoffgemisch verwendet. und bei welchem der flüssige Riechstoff oder das Riechstoffgemisch bei einer Temperatur oberhalb der Erstarrungstemperatur des Feststoffes oder Feststoffgemisches in diesem gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung verfestigt wird. umfasst der Feststoff oder das Feststoffgemisch Fettalkohole) oder ein Gemisch von Fettalkoholen) mit Fettsäuren) und/oder Fettalkoholethoxylat und/oder Polyethylenglykol.

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/035721 A1

Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates, welches z. B. zur Parfümierung von festen Seifen, von festen Wasch- und Spülmitteln in Pulver-, Granulat-, Chip- oder Tablettenform und von anderen festen haushaltchemischen oder kosmetischen Produkten vorteilhaft einsetzbar ist.

Eine große Zahl von Riechstoffen oder Riechstoffmischungen sind bei Normaltemperatur flüssige und oftmals leicht flüchtige Substanzen, deren Einbringung in feste haushaltchemische oder kosmetische Produkte wie z. B. feste Seifen bzw. in pulver-, granulat-, chip- oder tablettenförmige Wasch- und Spülmittel Probleme bereitet.

Die bekannten Technologien zur Parfümierung von Festseifen basieren z. B. auf einem intensiven Vermengen der pilierten Rohseife mit flüssigem Riechstoffkonzentrat vor dem Strangpressen und dem Schneiden sowie dem Nachpressen zu einzelnen Seifenstücken. Werden die flüssigen Riechstoffe in größeren Mengen in die pilierte Rohseife eingebracht, wird die Konsistenz der Seife negativ beeinflusst.

Auch ist es nachteilig, dass sich die in dieser Weise in die Festseifen eingebrachten Riechstoffe relativ rasch verflüchtigen, weil der Seifengrundstoff die Riechstoffe nur in geringen Mengen tatsächlich binden kann, so dass nach längerer Lagerung die meisten der in dieser Weise hergestellten Festseifen einen großen Teil des Wohlgeruches eingebüßt haben.

Pulverförmige feste Wasch- und Spülmittel werden nach dem Stand der Technik vor dem Verpacken bzw. vor ihrer Formung zu Tabletten, Chips usw. mit fein versprühtem flüssigen Riechstoffkonzentrat intensiv vermengt. Bei dem Versprühen der Riechstoffe entstehen durch Verdunsten bereits in der Fertigung hohe Substanzverluste. Außerdem können die oftmals leichtflüchtigen und brennbaren Riechstoffe zusammen mit Luft explosive Gas-Luft-Gemische bilden, wodurch es in den Fertigungsanlagen zu Verpuffungen und Bränden kommen kann.

Um diese Nachteile zu vermeiden, wurde bereits versucht, feste Riechstoffkonzentrate herzustellen, indem z. B. pulverförmige gefällte Kieselsäure oder andere pulverförmige Trägermaterialien, die eine große innere Oberfläche aufweisen, mit den flüssigen Riechstoffen bzw. Riechstoffmischungen benetzt wurden, wodurch der flüssige Riechstoff bzw. die flüssigen Riechstoffmischungen von den pulverförmigen Materialien adsorbiert und an die inneren Oberflächen dieser Materialien gebunden wurden. Diese pulverförmigen Trägermaterialien sind zwar in der Lage, relativ große Anteile von flüssigen Riechstoffen aufzunehmen und zu binden, da sie jedoch im Wasser schlecht löslich sind, stellen sie vor allem für feste Seifen sowie für Wasch- und Spülmittel unerwünschte Ballaststoffe dar, die zu schädlichen Ablagerungen auf dem Wasch- und Spülgut sowie in den Geräten und Leitungen führen, und sie sind deshalb als Trägermaterialien zur Einbringung von Riechstoffen vor allem in feste Seifen sowie in feste Wasch- und Spülmittel ungeeignet. Außerdem ist das Haftvermögen dieser bekannten Stoffe auf Grund ihrer großen inneren Oberflächen zum Teil so groß, dass sich die Riechstoffe beim Wasch- oder Spülvorgang nicht lösen und entfalten können und somit ungenutzt fortgespült werden.

Es ist deshalb Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates durch Aufnahme eines flüssigen Riechstoffes in einem festen Stoff oder einem Feststoffgemisch zu entwickeln, bei welchem der feste Stoff oder das Feststoffgemisch in der Lage ist, den flüssigen Riechstoff bzw. die flüssigen Riechstoffe in größeren Mengen aufzunehmen, ohne diese(n) in zu hohem Maße zu binden, und ohne dass der feste Stoff oder das Feststoffgemisch, einen unlöslichen Ballaststoff darstellt.

Die Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung bilden die Merkmale der Unteransprüche 2 bis 10.

Die Erfindung soll im Weiteren anhand von bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Die meisten Riechstoffe befinden sich bei Normaltemperatur von 20 °C im flüssigen Aggregatzustand. Für den Verbraucher anwendungsbereite Riechstoffe sind in den meisten Fällen Riechstoffgemische aus bis zu 40, in Einzelfällen sogar noch mehr einzelnen Riechstoffkomponenten. Um diese bei Normaltemperatur flüssigen Riechstoffe oder Riechstoffgemische in relativ hohen Konzentrationen und in bequemer Weise in feste Seifen, in Pulver- oder in anderen festen Formen vorliegende Wasch- und Spülmittel oder andere feste haushaltchemische oder kosmetische Produkte einbringen zu können, ohne dass die Qualität der Produkte merklich beeinträchtigt wird oder dass im Fertigungsablauf Nachteile oder Gefahren eintreten, werden die flüssigen Riechstoffe erfindungsgemäß in bei Normaltemperatur festen Tensiden oder Kotensiden gelöst. Dies geschieht durch Erwärmung von geeigneten festen Tensiden oder Kotensiden bzw. von Tensid- bzw. Kotensidgemischen auf Temperaturen, die nur geringfügig oberhalb der Erstarrungspunkte dieser Stoffe liegen, darauf folgendes Einbringen der flüssigen Riechstoffe oder Riechstoffgemische in die verflüssigten Tenside oder Kotenside bzw. Tensid-Kotensid-Gemische und nachfolgendes Abkühlen, wobei sich die Tenside oder Kotenside bzw. das Tensid-Kotensid-Gemisch mit dem darin gelösten mindestens einem Riechstoff unterhalb einer bestimmten Erstarrungstemperatur, die oberhalb der Normaltemperatur von 20 °C liegt, zu einem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat verfestigt.

Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich in den Tensiden oder Kotensiden bzw. in den Tensid-Kotensid-Gemischen bis zu 60 Gew.-% flüssige Riechstoffe lösen und zu einem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat verfestigen.

In einem speziellen Anwendungsfall wurden in 60 Gew.-% eines verflüssigten Fettalkohols C22 der auf eine Temperatur von wenigen Graden oberhalb des Erstarrungspunktes von

70 °C erhitzt wurde, 40 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffgemisches gelöst. Die Fettalkohol-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur unterhalb 54 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

In einem weiteren Anwendungsfall wurden in einem verflüssigten Gemisch aus 30 Gew.-% Fettalkohol C22 und 30 Gew.-% Fettsäure (Stearin), das einen Erstarrungspunkt von 68 °C aufwies, 40 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffgemisches gelöst. Die Fettalkohol-Fettsäure-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur von unterhalb 47 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

In noch einem weiteren Anwendungsfall wurden in einem verflüssigten Gemisch aus 30 Gew.-% Fettalkohol C22 und 30 Gew.-% Polyethylenglykol, das einen Erstarrungspunkt von 60 °C aufwies, bei einer Temperatur von 80 °C 40 Gew.-% Riechstoffe gelöst. Die Fettalkohol-Polyethylenglykol-Riechstoff-Lösung erstarrte beim Abkühlen bei einer Temperatur von unterhalb 54 °C zu dem erfindungsgemäßen festen Riechstoffkonzentrat.

Die in der vorstehenden Weise gewonnenen festen Riechstoffkonzentrate können mittels bekannter Verfahren in pastillierter oder granulierter Form hergestellt werden, und sie lassen sich in dieser Form bei der Herstellung fester Seifen, pulver-, granulat- oder tablettenförmiger Wasch- und Spülmittel bzw. anderer fester haushaltchemischer oder kosmetischer Produkte problemlos zugeben und präzise dosieren.

Die beschriebenen Ausführungsbeispiele dienen lediglich zur Erläuterung der Erfindung. Der Schutzzumfang der Erfindung wird durch den Wortlaut der anliegenden Patentansprüche bestimmt.

neue Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines festen Riechstoffkonzentrates durch Aufnahme eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Feststoff oder Feststoffgemisch, umfassend ein oder mehrere bei Normaltemperatur feste Tenside und/oder Kotenside, wobei der flüssige Riechstoff oder das Riechstoffgemisch bei einer Temperatur oberhalb der Erstarrungstemperatur des Feststoffes oder Feststoffgemisches in diesem gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung verfestigt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feststoff oder das Feststoffgemisch durch Fettalkohol(e) oder ein Gemisch von Fettalkohol(en) mit Fettsäure(n) und/oder Fettalkoholethoxylat und/oder Polyethylenglykol gebildet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in 90 bis 40 Gew.-% eines Fettalkohols C22 oberhalb von dessen Erstarrungspunkt zwischen 66 bis 70 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% einer Fettsäure oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Fettsäure-Gemisches gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% eines Fettalkoholethoxylates oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Fettalkoholethoxylat-Gemisches von 55 bis 60 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass 10 bis 60 Gew.-% eines flüssigen Riechstoffes oder Riechstoffgemisches in einem Gemisch aus 45 bis

20 Gew.-% eines Fettalkohols C22 und 45 bis 20 Gew.-% Polyethylenglykol oberhalb eines Erstarrungspunktes des Fettalkohol-Polyethylenglykol-Gemisches von 55 bis 60 °C gelöst und danach durch Abkühlung der Lösung auf Normaltemperatur verfestigt werden.

6. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Riechstoffkonzentrat in einem Formgebungsverfahren verfestigt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Riechstoffkonzentrat pastilliert wird.
8. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das feste Riechstoffkonzentrat granuliert wird.